



TESIS - SK142502

**MODIFIKASI ELEKTRODA PERAK DENGAN SILIKA  
GEL-EKSTRAK DAUN MAJA (*AEGLE MARMELLOS*)  
SEBAGAI BIOSENSOR UREA**

YUNITA TRIANA  
1413 201 009

DOSEN PEMBIMBING  
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.

PROGRAM MAGISTER  
BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANALITIK  
JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015



TESIS - SK142502

**SILICA GEL - MAJA LEAF EXTRACT (*AEGLE  
MARMELOS*) MODIFIED SILVER ELECTRODE FOR  
UREA BIOSENSOR**

YUNITA TRIANA  
1413 201 009

SUPERVISOR  
Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si

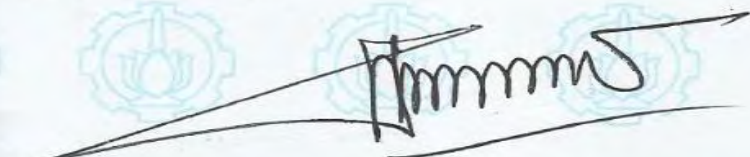
MAGISTER PROGRAM  
CHEMISTRY DEPARTEMENT  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015

Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Sains (M.Si)  
di  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:  
YUNITA TRIANA  
NRP. 1413 201 009

Tanggal Ujian : 22 Juni 2015  
Periode Wisuda : September

Disetujui Oleh:



1. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.  
NIP. 19740428 199802 1 001

(Pembimbing)



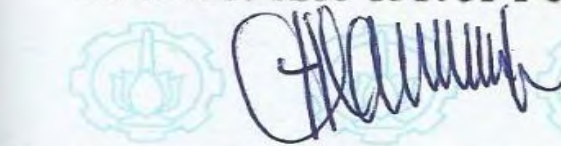
2. Suprpto, M.Si., Ph.D.  
NIP. 19720919 199802 1 001

(Penguji)



3. Prof. Dr. R.Y. Perry Burhan, M.Sc.  
NIP. 19590215 198701 1 001

(Penguji)



4. Dr. Ir. Endah Mutiara Marhaeni Putri, M.Si.  
NIP. 19560102 198502 2 001

(Penguji)



**Direktur Program Pascasarjana**  
**Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, MT.**  
NIP. 19640405 1999002 1 001

**MODIFIKASI ELEKTRODA PERAK DENGAN  
SILIKA GEL-EKSTRAK DAUN MAJA (*AEGLE MARMELLOS*)  
SEBAGAI BIOSENSOR UREA**

Nama mahasiswa : Yunita Triana  
NRP : 1413 201 009  
Dosen Pembimbing : Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si

**ABSTRAK**

Pada penelitian ini elektroda perak termodifikasi silika gel-ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) digunakan sebagai elektroda kerja alternatif untuk mendeteksi urea secara elektrokimia. Perkembangan elektroda termodifikasi silika gel untuk penentuan urea yang telah dilakukan pada penelitian sebelumnya menggunakan urease sehingga dibuat pengembangan elektroda alternatif dari ekstrak daun maja. Daun maja diekstraksi menggunakan etanol sehingga diperoleh ekstrak daun maja dan disimpan pada suhu  $-11^{\circ}\text{C}$ . Elektroda perak termodifikasi dipreparasi dalam bentuk pasta silika gel dan ekstrak daun maja pada permukaan elektroda perak. Elektroda memberikan respon terbaik dengan perbandingan komposisi pasta silika gel dan parafin yaitu 3 : 2 dengan berat total 0,05 gram. Sedangkan optimasi ekstrak daun maja pada kondisi optimum komposisi silika gel dan parafin sebanyak 0,03 gram. Kondisi larutan diatur tingkat keasamannya pada range pH 1, 7 dan 13 untuk menentukan pH optimum. Pada pH 1 dan 7 pendeteksian urea terganggu oleh asam askorbat dan glukosa. Pengukuran optimum didapatkan pada kondisi pH 13 dimana deteksi urea tidak terganggu asam askorbat dan glukosa. Elektroda menunjukkan kenaikan sinyal arus seiring kenaikan konsentrasi urea. Variasi konsentrasi urea (0-7  $\mu\text{M}$ ) untuk menentukan limit deteksi dan sensitivitas. Sinyal arus katodik elektroda perak termodifikasi silika gel dan ekstrak daun maja pada potensial 0,4 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu  $19,7813 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$  dan 2,2993  $\mu\text{M}$ . Sinyal arus anodik elektroda perak termodifikasi silika gel dan ekstrak daun maja pada potensial 0,625 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu  $38,1774 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$  dan 5,1654  $\mu\text{M}$ . Uji repeatibilitas dan reproduksibilitas dilakukan untuk menentukan presisi dan akurasi dari elektroda perak termodifikasi silika gel-ekstrak daun maja.

**Kata kunci :** silika gel, ekstrak daun maja, urea, voltammetri siklis



# **SILICA GEL – MAJA LEAF EXTRACT (*AEGLE MARMELOS*) MODIFIED SILVER ELECTRODE FOR UREA BIOSENSOR**

By : Yunita Triana  
Student Identity Number : 1413 201 009  
Supervisor : Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si

## **ABSTRACT**

Silica gel-maja leaf extract (*Aegle marmelos*) modified silver electrode has been studied as an alternative urea biosensor electrochemically. Previous other works showed that determination of urea mainly used urease as an active material. In this work, we used maja leaf extract instead of urease. Maja leaf was extracted using ethanol and stored at -11°C. Maja leaf extract, silica gel and paraffin was mixed until homogen, then attached on the end of the silver wire which was tightly covered by glass tube to have silica gel-maja leaf extract modified silver electrode. Electrodes provide the best response to the paste composition ratio of silica gel and paraffin is 3: 2 with the total weight 0,05 gram, while optimum composition for the maja leaf extract is 0,03 gram. Electrode showed that the current signal rise following the increase in the concentration of urea (0-7  $\mu\text{M}$ ) Measurement of urea was performed in varied pH (1, 7 and 13) using cyclic voltammetry. pH 1 and 7 showed that ascorbic acid and glucose interfered the urea detection. pH 13 showed that no interference of ascorbic acid and glucose during the urea measurement. Cathodic electrode current signal silver modified silica gel-maja leaf extract in the potential of 0.4 V showed that the sensitivity and the detection limit is 19,7813  $\mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$  and 2,2993  $\mu\text{M}$ . Anodic electrode current signal silver modified silica gel and maja leaf extract in the potential of 0.625 V showed that the sensitivity and the detection limit is 38,1774  $\mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$  and 5,1654  $\mu\text{M}$ . In the last work, repeatability and reproducibility of test performed to determine the precision and accuracy of the electrode.

**Keyword :** *silica gel, maja leaves extracted, urea, cyclic voltammetry*

## KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT, karena izin-Nya penulis dapat menyelesaikan proposal tesis yang berjudul “Modifikasi Elektroda Emas dengan Silika Gel-Ekstrak Daun Maja (*Aegle marmelos*) sebagai Biosensor Urea”. Semoga hidayah dan keselamatan tercurah kepada kedua orang tua, saudara dan keluarga besar penulis. Proposal tesis ini dibuat sebagai rangkaian awal tugas akhir guna menyelesaikan studi S2 pada jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

Melalui kesempatan ini penulis ingin mengucapkan banyak terima kasih kepada **Bapak Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si** selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan arahan setiap detail proses pengerjaan penelitian serta memberikan fasilitas kepada penulis selama ini. Tidak lupa pula penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Mardi Santoso, Ph.D. selaku Kaprodi Magister Kimia ITS.
2. Dr. Hamzah Fansuri, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA-ITS.
3. Prof. Dr. rer. nat. Irminda Kris Murwani, M.Si selaku dosen wali.
4. Prof. Dr. R.Y Perry Burhan, M.Sc selaku dosen penguji.
5. Suprpto, M.Si, PhD. selaku dosen penguji.
6. Drs. Lukman Atmaja, M.Si, PhD. selaku dosen penguji.
7. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia, FMIPA-ITS.
8. Prof. Dr. Ir. Sulistijono, DEA selaku rektor Institut Teknologi Kalimantan (ITK) beserta seluruh jajaran rektorat, dosen dan staf tendik atas dukungan, semangat, do'a hingga penyelesaian tesis ini selesai. Terima kasih untuk kesempatan yang diberikan kepada penulis sebagai dosen Teknik Kimia ITK.
9. Bapak, Ibu, keluarga besar atas doa, semangat serta kasih sayang sehingga penulis terus bersemangat dan mampu menyelesaikan proposal tesis ini. Karena kalian penulis selalu ingin melakukan yang terbaik di antara yang terbaik.
10. Andi Purwanto, kekasih hatiku, atas dukungan yang tiada hentinya selalu mendukung dan menyemangati hingga penulis menyelesaikan tesis.

11. Tri Paus Hasiholan Hutapea, sahabat dan adikku, yang selalu mengerti, menemani, berbagi dan bersama berjuang di laboratorium ISA. Semoga berjumpa diperjuangan S3 selanjutnya.
12. Teman-teman Laboratorium ISA dan Program Pascasarjana Kimia angkatan 2012, 2013 dan 2014 serta semua pihak yang telah berpartisipasi dalam penyelesaian proposal tesis ini.
13. Bapak dan Ibu Darmaji serta kawan-kawan kos Perumdos Blok J43 yang selalu menyemangati, tertawa bersama dan berbagi kisah tentang kehidupan.

Akhir kata, penulis berharap semoga proposal tesis ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya bagi peminat Kimia Analitik.

Surabaya, Mei 2015

Yunita Triana

## DAFTAR ISI

|  |             |
|--|-------------|
| <b>ABSTRAK .....</b>   | <b>iv</b>   |
| <b>ABSTRACT .....</b>  | <b>v</b>    |
| <b>KATA PENGANTAR.....</b>                                       | <b>vi</b>   |
| <b>DAFTAR ISI.....</b>   | <b>viii</b> |
| <b>DAFTAR GAMBAR.....</b>  | <b>xi</b>   |
| <b>DAFTAR TABEL .....</b>  | <b>xiv</b>  |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>                                     | <b>xvii</b> |
| <b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>                                   | <b>1</b>    |
| 1.1 Latar Belakang .....   | 1           |
| 1.2 Perumusan Masalah .....                                      | 2           |
| 1.3 Batasan Masalah.....   | 2           |
| 1.4 Tujuan Penelitian .....                                      | 3           |
| 1.5 Manfaat Penelitian .....                                     | 3           |
| <b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA .....</b>                              | <b>5</b>    |
| 2.1 Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) .....                         | 5           |
| 2.2 Pirol .....  | 7           |
| 2.3 Glukosa .....  | 8           |
| 2.4 Urea .....   | 9           |
| 2.5 Silika .....   | 11          |
| 2.6 Biosensor.....   | 13          |
| 2.7 Metode Elektrokimia.....                                     | 15          |
| 2.7.1 Potensiometri.....   | 17          |
| 2.7.2 Voltammetri.....   | 18          |
| 2.7.3 Voltammetri Siklis.....                                    | 18          |
| 2.7.4 Potensiostat.....  | 20          |
| <b>BAB 3 METODOLOGI.....</b>                                     | <b>23</b>   |
| 3.1 Alat dan Bahan .....   | 23          |
| 3.1.1 Alat .....   | 23          |
| 3.1.2 Bahan.....   | 23          |
| 3.2 Prosedur Penelitian.....                                     | 23          |
| 3.2.1 Preparasi Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> )..... | 23          |



|              |  |           |
|--------------|--|-----------|
| 3.2.2        | Pembuatan Larutan Standar Urea .....   | 24        |
| 3.2.3        | Preparasi Pirol .....  | 24        |
| 3.2.4        | Preparasi Elektroda Emas .....   | 24        |
| 3.2.5        | Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol .....   | 24        |
| 3.2.6        | Preparasi Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol / Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) .....   | 24        |
| 3.2.7        | Penentuan Fungsi Pirol dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Sebagai Modifikan .....         | 25        |
| 3.2.8        | Preparasi Elektroda Perak .....  | 25        |
| 3.2.9        | Preparasi Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel / Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) ..... | 25        |
| 3.2.10       | Penentuan Fungsi Silika Gel dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Sebagai Modifikan .....    | 26        |
| 3.2.11       | Penentuan pH Optimum .....   | 26        |
| 3.2.12       | Penentuan Kurva Kalibrasi .....  | 26        |
| 3.2.13       | Uji Interferensi .....   | 26        |
| 3.2.14       | Uji Repeatabilitas Elektroda .....   | 26        |
| 3.2.15       | Uji Reproduksiabilitas Elektroda .....   | 27        |
| <b>BAB 4</b> | <b>PEMBAHASAN .....</b>  | <b>29</b> |
| 4.1          | Polipirol Sebagai Modifikan Elektroda .....  | 29        |
| 4.1.1        | Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol .....   | 29        |
| 4.1.2        | Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol / Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) .....             | 37        |
| 4.1.3        | Penentuan Fungsi Pirol dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Sebagai Modifikan .....         | 38        |
| 4.2          | Silika Gel Sebagai Modifikan Elektroda .....   | 43        |
| 4.2.1        | Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) .....             | 43        |
| 4.2.2        | Penentuan Fungsi Silika Gel dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Sebagai Modifikan .....    | 44        |
| 4.2.3        | Penentuan Komposisi Silika Gel dan Parafin pada Elektroda .....  | 46        |

|   |           |
|---|-----------|
| 4.2.4 Penentuan Komposisi Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> )<br>pada Elektroda ..... | 47        |
| 4.2.5 Penentuan pH Optimum .....  | 49        |
| 4.2.6 Penentuan Daerah Konsentrasi Linear .....   | 49        |
| 4.2.7 Uji Interferensi.....   | 57        |
| 4.2.8 Uji Repeatabilitas .....  | 59        |
| 4.2.9 Uji Reprodusibilitas.....   | 73        |
| <b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>  | <b>79</b> |
| 5.1 Kesimpulan .....  | 79        |
| 5.2 Saran .....   | 79        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>  | <b>81</b> |
| <b>LAMPIRAN.....</b>  | <b>84</b> |

## DAFTAR TABEL

|      |   |    |
|------|---|----|
| 4.1  | Arus Puncak Katodik Respon Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap larutan Standar Urea dalam Tiga Kali Pengukuran.....   | 53 |
| 4.2  | Arus Puncak Anodik Respon Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap larutan Standar Urea dalam Tiga Kali Pengukuran.....  | 56 |
| 4.3  | Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda Emas termodifikasi Silika Gel dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) pada Larutan Standar Urea pada Penyimpanan Desikator .....                    | 59 |
| 4.4  | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 12 Jam.....  | 60 |
| 4.5  | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 12 Jam .....   | 61 |
| 4.6  | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 24 Jam.....  | 61 |
| 4.7  | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Desikator 0 Jam Dibandingkan 24 Jam.....  | 62 |
| 4.8  | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Desikator 12 Jam Dibandingkan 24 Jam .....  | 62 |
| 4.9  | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Desikator 12 Jam Dibandingkan 24 Jam .....  | 63 |
| 4.10 | Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda Emas termodifikasi Silika Gel dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) pada Larutan Standar Urea pada Penyimpanan dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C ..... | 64 |
| 4.11 | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C 0 Jam Dibandingkan 12 Jam .....  | 64 |
| 4.12 | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C 0 Jam Dibandingkan 12 Jam .....  | 65 |
| 4.13 | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C 0 Jam Dibandingkan 24 Jam.....   | 65 |

|      |  |    |
|------|--|----|
| 4.14 | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C 0 Jam<br>Dibandingkan 24 Jam .....  | 66 |
| 4.15 | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C 12<br>Jam Dibandingkan 24 Jam .....   | 66 |
| 4.16 | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Suhu 11 <sup>0</sup> C 12<br>Jam Dibandingkan 24 Jam .....   | 67 |
| 4.17 | Data Repeatibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda Emas<br>termodifikasi Silika Gel dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> )<br>pada Larutan Standar Urea pada Penyimpanan dalam Larutan<br>NaOH 0,1 M ..... | 68 |
| 4.18 | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Larutan NaOH<br>0,1 M 0 Jam Dibandingkan 12 Jam .....  | 68 |
| 4.19 | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Larutan NaOH<br>0,1 M 0 Jam Dibandingkan 12 Jam .....  | 69 |
| 4.20 | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Larutan NaOH<br>0,1 M 0 Jam Dibandingkan 24 Jam .....  | 69 |
| 4.21 | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Larutan NaOH<br>0,1 M 0 Jam Dibandingkan 24 Jam .....  | 70 |
| 4.22 | Hasil Uji F Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Larutan NaOH<br>0,1 M 12 Jam Dibandingkan 24 Jam .....   | 70 |
| 4.23 | Hasil Uji t Waktu Penyimpanan Elektroda dalam Larutan NaOH<br>0,1 M 12 Jam Dibandingkan 24 Jam .....   | 71 |
| 4.24 | Data hasil Uji F dan Uji t Repeatibilitas Elektroda .....  | 72 |
| 4.17 | Data Reprodusibilitas Arus Puncak Katodik Elektroda Emas<br>termodifikasi Silika Gel dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> )<br>pada Larutan Standar Urea .....  | 73 |
| 4.18 | Hasil Uji F Elektroda pada hari pertama dibandingkan hari ketiga<br>74   |    |
| 4.19 | Hasil Uji t Elektroda pada hari pertama dibandingkan hari ketiga   | 74 |
| 4.20 | Hasil Uji F Elektroda pada hari ketiga dibandingkan hari ketujuh   | 75 |
| 4.21 | Hasil Uji t Elektroda pada hari ketiga dibandingkan hari ketujuh   | 75 |

|  |    |
|--|----|
| 4.22 Hasil Uji F Elektroda pada hari pertama dibandingkan hari ketujuh | 76 |
| 4.23 Hasil Uji t Elektroda pada hari pertama dibandingkan hari ketujuh | 76 |
| 4.24 Data hasil Uji F dan Uji t Reprodusibilitas Elektroda.....        | 77 |

## DAFTAR GAMBAR

|     |   |    |
|-----|---|----|
| 2.1 | Bagian-bagian tumbuhan <i>Aegle marmelos</i> : (a) Bunga, (b) Buah dan(c) Daun .....  | 6  |
| 2.2 | Standar kadar glukosa darah sebelum dan setelah puasa.....  | 9  |
| 2.3 | Skema representasi dalam dua dimensi hydroxyl koloid partikel silika. ....  | 12 |
| 2.4 | <i>Immunosensing Probe</i> dan Pengukuran dari Nano Partikel-Berbasis Elektrokimia Immunoassay denganTipe <i>Sandwich</i> ..... | 12 |
| 2.5 | Alur kerja sensor .....   | 13 |
| 2.6 | Skema diagram sel potensiometri .....   | 18 |
| 2.7 | Kurva voltammogram dari elektroda reversibel, memiliki puncak arus katoda dan puncak arus anoda .....                           | 19 |
| 2.8 | Diagram blok instrumen elektrokimia .....   | 20 |
| 4.1 | Mekanisme elektropolimerisasi polipirol .....   | 30 |
| 4.2 | Voltammogram elektropolimerisasi dan <i>impedance</i> pada variasi pH: (a) pH 1 (b) pH 2 (c) pH 3 .....                         | 31 |
| 4.3 | Voltammogram elektropolimerisasi dan <i>impedance</i> pada variasi pH: (d) pH 4 (e) pH 5 (f) pH 6 .....                         | 33 |
| 4.4 | Voltammogram elektropolimerisasi dan <i>impedance</i> pada variasi pH: (a) pH 7 (b) pH 8 (c) pH 9 .....                         | 34 |
| 4.5 | Voltammogram elektropolimerisasi dan <i>impedance</i> pada variasi pH: (d) pH 10 (e) pH 11 (f) pH 12 .....                      | 35 |
| 4.6 | Voltammogram elektropolimerisasi dan pada variasi pH: (a) pH 12 (g) pH 13 .....   | 19 |
| 4.7 | Grafik Konduktivitas Elektropolimerisasi Polipirol pada Berbagai Variasi pH.....  | 37 |
| 4.8 | Kawat Emas (a), Elektroda Emas Terlapisi Shrinkage (b) .....  | 38 |
| 4.9 | Voltammogram Respon Pirol Terhadap Larutan Glukosa pada pH 8  |    |



|      |  |    |
|------|--|----|
| 4.10 | Voltammogram Respon Pirol dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap Larutan Glukosa pada pH 8 dengan Metode Siklik .....  | 40 |
| 4.11 | Voltammogram Respon Pirol dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap Larutan Glukosa pada pH 8 dengan Metode Perendaman .....  | 41 |
| 4.12 | Voltammogram Respon Pirol dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap Larutan Glukosa pada pH 1 dengan Metode Perendaman .....  | 42 |
| 4.13 | Voltammogram Respon Pirol dan Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap Larutan Glukosa pada pH 13 dengan Metode Perendaman .....   | 42 |
| 4.14 | Kawat Perak (a), Tabung Kaca (b), Tabung Kaca Tanpa Elektroda Perak (c) dan Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) (d).....                    | 44 |
| 4.15 | Voltammogram Perbandingan Respon Silika Gel dan Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap Larutan Glukosa dan Urea pada pH 13 .....                                    | 45 |
| 4.16 | Voltammogram Respon Silika Gel dan Parafin dengan Variasi Komposisi Pasta Terhadap Larutan Urea.....   | 47 |
| 4.17 | Voltammogram Respon Silika Gel dan Parafin dengan Variasi Komposisi Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) Terhadap Larutan Urea .....  | 48 |
| 4.18 | Voltammogram Respon pada Arus Puncak Anodik dan Katodik Terhadap Berbagai Konsentrasi Larutan Standar Urea.....  | 50 |
| 4.19 | Kurva Linier Puncak Katodik Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) pada Larutan Standar Urea Konsentrasi 0-7 $\mu$ M pada Potensial 0,4 V..... | 51 |
| 4.20 | Kurva Linier Puncak Katodik Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) pada Larutan Standar Urea Konsentrasi 2-6 $\mu$ M pada Potensial 0,4 V..... | 52 |

|      |  |    |
|------|--|----|
| 4.21 | Kurva Linier Puncak Anodik Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) pada Larutan Standar Urea Konsentrasi 0-7 $\mu\text{M}$ pada Potensial 0,625 V ..... | 54 |
| 4.22 | Kurva Linier Puncak Anodik Elektroda Perak Termodifikasi Silika Gel/Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) pada Larutan Standar Urea Konsentrasi 2-7 $\mu\text{M}$ pada Potensial 0,625 V ..... | 55 |
| 4.23 | Voltammogram Respon Interferensi pada pH 1 .....   | 58 |
| 4.24 | Voltammogram Respon Interferensi pada pH 7 .....   | 58 |
| 4.25 | Voltammogram Respon Interferensi pada pH 13 .....  | 59 |

# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Urea adalah produk alami dari nitrogen dan metabolisme protein yang ditemukan dalam limbah urin dan hewan. Urea merupakan senyawa organik pertama yang disintesis dari bahan anorganik. Urea atau campuran yang mengandung urea digunakan sebagai pupuk dalam pertanian. Urea digunakan sebagai bahan kimia intermediate, stabilizer di bahan peledak, obat-obatan pengubah viskositas, plastik, perekat, obat-obatan, kosmetik, pasta gigi, agen api-pemeriksaan dan penyusunan biuret. Urea umumnya digunakan dalam studi DNA karena menyebabkan *uncoiling* molekul DNA. Urea digunakan sebagai agen osmotik untuk pengurangan jangka pendek tekanan intraokular dan humor vitreous, di sudut tertutup glaukom sebelum operasi, pada glaukoma kronis dan berbagai perawatan pra dan pasca operasi. Dalam lingkungan air, biodegradasi urea secara umum melepaskan karbon dioksida dan amonia. Peningkatan suhu, alkalinitas, dan adanya enzim urease biologis dapat mengkatalisis hidrolisis kimia urea. (Korrapati and Mehendale, 2014). Urea memainkan peran penting dalam banyak proses biologi, antara lain dekomposisi protein. Tubuh manusia memproduksi 20-30 g urea per hari (Meessen, 2012).

Berdasarkan hal tersebut maka deteksi urea merupakan hal yang sangat penting dalam diagnosis klinis. Berbagai metode analitik menggunakan enzim urease seperti metode *optical* (Krysteva and Mohamed Al Hallak, 2003) dan kolorimetri (Reddy et al., 2004) telah digunakan untuk deteksi urea. Namun beberapa metode ini membutuhkan instrumentasi yang rumit, relatif mahal, kurang sensitif terhadap urea, serta alat yang tidak *portable*. Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan alternatif lain dengan menggunakan metode biosensor elektrokimia non enzimatis menggunakan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*).

Biosensor elektrokimia yang memiliki sensitivitas tinggi, cepat dalam deteksi in situ, selektivitas yang sangat baik dan rendah biaya, telah menarik perhatian luas (Xue et al., 2014). Dalam rangka mempersiapkan biosensor yang baik, banyak bahan yang digunakan seperti nanopartikel, pewarna redoks, polimer konduktif, biomolekul dan cairan ionik. Bahan tersebut digunakan untuk

meningkatkan lingkungan mikro yang memberikan orientasi sesuai dan mempercepat transfer elektron pada permukaan elektroda (Raghu et al., 2013). Elektroda padat (seperti karbon, emas, platina) banyak digunakan sebagai elektroda kerja karena kisaran potensial yang lebar, arus *background* rendah, murah, inert, cocok untuk berbagai sensor dan aplikasi deteksi (Wang et al., 2010; Uslu and Ozkan, 2007). Selain pemilihan elektroda yang tepat, penentuan penggunaan matriks yang tepat untuk transfer elektron memegang peranan penting. Pada penelitian ini digunakan silika gel. Silika gel telah banyak digunakan sebagai matriks sensor urea (Limbut et al., 2004 dan Ahuja et al., 2011) karena ukuran partikel yang berongga dan morfologi sifat fisik, listrik, dan optik partikel silika mampu meningkatkan sensitivitas sensor (Kato et al., 2012).

Hal lain yang perlu dipertimbangkan adalah biomolekul yang mampu meningkatkan selektivitas senyawa yang dideteksi. Pada penelitian ini digunakan ekstrak etanol daun maja (*Aegle marmelos*). Ekstrak kasar dari daun Maja (*Aegle marmelos*) telah digunakan sejak dahulu untuk mengobati berbagai penyakit seperti asma, peradangan pada membran mukosa, bronchitis akut (Kurian, 1992) dan antidiabetes (Pandey, 2010). Kandungan ion yang terdapat didalam ekstrak pekat etanol daun maja yaitu seng, kromium, besi, selenium, magnesium, tembaga dan fosfor (Janarthanan et al., 2012). Diantara kandungan senyawa tersebut diharapkan mampu menguraikan urea seperti kerja enzim urease.

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah teknik elektrokimia menggunakan elektroda perak termodifikasi silika gel dan ekstrak daun Maja (*Aegle marmelos*). Kinerja elektrokimia dari elektroda dan kondisi optimal untuk biosensor glukosa dipelajari dalam penelitian ini.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Perumusan masalah dalam penelitian ini yaitu elektroda perak tidak bisa menjadi biosensor urea jika tidak dimodifikasi dengan matriks biomolekuler.

## **1.3 Batasan Masalah**

Kinerja elektroda yang dibuat ditentukan dengan metode voltametri siklis terhadap sampel urea komersial. Elektroda perak dimodifikasi dengan silika gel dan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*). Uji pelengkap dilakukan dengan

penentuan repeatabilitas dan reproduksibilitas elektroda. Pada penelitian ini tidak dianalisa senyawa yang spesifik mendeteksi urea.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk membuat elektroda alternatif dari elektroda perak yang termodifikasi dengan silika gel dan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) yang memiliki selektivitas dan sensitivitas yang baik sebagai biosensor urea.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai biosensor urea sehingga dapat memonitor kadar urea. Di sisi lain, penelitian ini untuk memberikan kontribusi pengembangan ilmu pengetahuan khususnya pada bahasan pengembangan elektroda secara elektrokimia.

***"Halaman ini sengaja dikosongkan"***



## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Maja (*Aegle marmelos*)

*Aegle marmelos* dikenal dengan nama *beal* atau *bengal quince* atau maja masuk dalam golongan famili Rutaceae, pohonnya berukuran sedang, ramping dan bersifat aromatic (Atul et al., 2012). *Aegle marmelos* adalah tumbuhan dengan pohon yang tumbuh lambat, 25 sampai 30 meter. Batang pendek, tebal, lembut, kulit mengelupas, dan menyebar, cabang kadang-kadang berduri. Tangkai daun dengan panjang 1 sampai 2,5 inci. Daun dewasa memancarkan aroma aneh. Bunga tumbuh dalam kelompok 4 sampai 7 sepanjang batang muda dengan kelopak berdaging. Bunganya berwarna putih kehijauan dengan harum aneh (Sekar et al., 2011). Selain itu, kandungan metabolit sekunder yang terdapat pada daun maja diantaranya steroid, saponin, triterpenoid, alkaloid, dan flavonoid. Kandungan senyawa lain yang terdapat dalam ekstrak pekat etanol daun maja diantaranya protein, lemak, abu, moisture (Gupta dkk, 2006).

*Aegle marmelos* merupakan tanaman asli India tetapi tersebar luas di Combodia, Laos, Malaysia, Indonesia dan tumbuh liar di daerah hutan tropical kering (Yadav et al., 2010). Bagian-bagian tumbuhan seperti bunga, buah dan daun ditunjukkan pada gambar 2.1. Tanaman ini memiliki taksonomi sebagai berikut (Sharma et al., 2007).

|           |   |                        |
|-----------|---|------------------------|
| Kingdom   | : | Plantae                |
| Ordo      | : | Sapindales             |
| Famili    | : | Rutaceae               |
| Subfamili | : | Aurantioideae          |
| Genus     | : | <i>Aegle</i>           |
| Species   | : | <i>Aegle marmelous</i> |



(a)



(b)



(c)

**Gambar 0.1** Bagian-bagian tumbuhan *Aegle marmelos*: (a) Bunga, (b) Buah dan(c) Daun

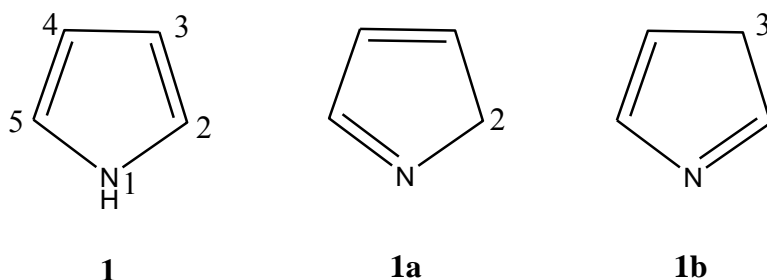
Tanaman ini telah dikenal sebagai tanaman obat sejak zaman dahulu. Bagian daun, daging buah, bunga, kulit batang dan akar telah banyak dimanfaatkan sebagai obat. Bagian daun dapat digunakan untuk asma, peradangan pada membran mukosa dan bronchitis akut (Kurian, 1992). Bagian akar digunakan untuk menurunkan demam, detak jantung abnormal, iritasi lambung dan diare (Rajadurai, 2005). Daging buah digunakan untuk mengobati disentri, luka bakar, epilepsi, tonik, antiviral dan lain-lain (Tyler and Robbers, 1999).

Kandungan kimia dari ekstrak *Aegle marmelos* yaitu alkaloid, terpenoid, kumarin, phenilpropanoid, tannins, polisakarida dan flavonoid (Atul et al., 2012). Telah dilaporkan untuk efek farmakologis dari *Aegle marmelos* diantaranya antibakteri, antikanker, antimalarial, analgesic, antiinflamasi, antidiabet, antioksidan dan beberapa efek lainnya (Sekar et al., 2011).

## 2.2 Pirol

Pirol adalah larutan tak berwarna [titik leleh 23 °C, titik didih 130 °C (760 Torr)] yang akan teroksidasi jika kontak dengan udara. Memiliki kelarutan air yang terbatas, tetapi larut dengan banyak pelarut organik. Meskipun beberapa pirol sederhana adalah minyak, banyak turunannya dengan berat molekul besar berupa padatan. Pirol memiliki sifat asam lemah ( $pK_a \approx 17.25$  dalam medium berair, 17.51 dalam larutan hidoksida dan 23.05 di DMSO). Dipol momen ( $\mu$ ) dari pirol adalah  $1,74 \pm 0,02$  D, dengan kutub negatif mengarah pada atom karbon cincin.

Sistem penamaan dan penomoran berdasarkan IUPAC untuk pirol (1H-pirol) ditampilkan dalam struktur 1, termasuk penomoran secara umum yang banyak digunakan dari posisi 2(5) sebagai  $\alpha$ , dan posisi 3(4) sebagai  $\beta$ . Posisi dua tautomerik membentuk 1a dan 1b dikenal sebagai 2H-Pirol dan 3H-Pirol (Bregman and Janosik, 2011).



Selama dua puluh tahun terakhir, polipirol telah banyak dipelajari dalam pembentukannya untuk polimer konduktif. Ada beberapa mekanisme sintesis polipirol, tetapi metode yang paling efisien yaitu elektropolimerisasi. Banyak analitis teknik telah digunakan untuk mempelajari polipirol elektrodposisi dan doping. Namun, mekanisme itu sendiri masih kontroversial karena tidak ada satu mekanisme yang diterima secara universal. Mekanisme yang diusulkan oleh Diaz adalah yang paling sering disebut dalam literatur.

Kontroversi ini terletak pada inisiasi langkah karena setiap mekanisme mengusulkan cara yang berbeda mulai proses reaksi, transfer elektron, transfer proton dan pembentukan radikal pirol langsung. Tanpa mempertimbangkan langkah inisiasi, ada banyak faktor lain termasuk elektrolit, pelarut, suhu dan pH

yang dapat mempengaruhi mekanisme reaksi selama elektropolimerisasi pirol, sehingga berdampak pada karakteristik polimer yang terbentuk pada elektroda (Sadki et al., 2000).

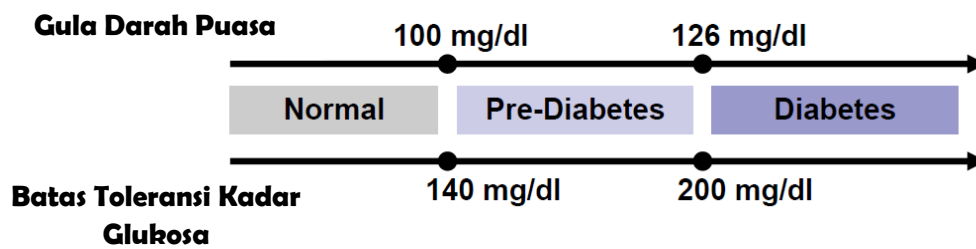
Voltametri siklis sangat sering digunakan untuk mengkarakterisasi polimer pirol. Metode ini adalah pilihan untuk mempelajari reversibilitas transfer elektron karena oksidasi dan reduksi dapat dipantau dalam bentuk diagram (Levi et al., 1997).

### **2.3 Glukosa**

Glukosa, suatu gula monosakarida, adalah salah satu karbohidrat terpenting yang digunakan sebagai sumber tenaga utama dalam tubuh. Glukosa merupakan prekursor untuk sintesis semua karbohidrat lain di dalam tubuh seperti glikogen, ribosa dan dioksiribosa dalam asam nukleat, galaktosa dalam laktosa susu, dalam glikolipid, dan dalam glikoprotein dan proteoglikan (Murray, 2003).

Glukosa merupakan karbohidrat terpenting dalam penyediaan energi di dalam tubuh. Hal ini disebabkan karena semua jenis karbohidrat baik monosakarida, disakarida maupun polisakarida yang dikonsumsi oleh manusia akan terkonversi menjadi glukosa di dalam hati. Glukosa ini kemudian akan berperan sebagai salah satu molekul utama bagi pembentukan energi di dalam tubuh. Di dalam tubuh manusia glukosa yang telah diserap oleh usus halus kemudian akan terdistribusi ke dalam semua sel tubuh melalui aliran darah. Di dalam tubuh, glukosa tidak hanya dapat tersimpan dalam bentuk glikogen di dalam otot & hati namun juga dapat tersimpan pada plasma darah dalam bentuk glukosa darah (*blood glucose*) (Irawan, 2007).

Kadar glukosa darah yang berlebihan dapat menyebabkan penyakit diabetes. Orang bisa mendapatkan diabetes pada usia berapa pun. Untungnya, hal itu dapat dikontrol atau dicegah. Dewasa usia 45 tahun dan lebih tua harus mengetahui tingkat glukosa darah mereka dan apakah mereka telah didiagnosa terkena diabetes (Dervisevic et al., 2015).



**Gambar 0.2** Standar kadar glukosa darah sebelum dan setelah puasa

Beberapa faktor penting pengukuran glukosa darah harus selalu di monitor diantaranya untuk kesehatan, pengendalian konsumsi gula berlebih bagi tubuh, menentukan dosis insulin (bagi penderita diabetes), mencegah penyakit yang disebabkan gula dalam darah, mengerti pentingnya kontrol konsumsi makanan sehat, olahraga dan manajemen stres, serta mengetahui kadar gula dalam darah secara teratur (Chase and Scharer, 2009).

Diabetes adalah salah satu penyebab utama morbiditas dan mortalitas. Selain masalah mutu hidup, diabetes merupakan penyakit yang mahal untuk disembuhkan. Meskipun diabetes saat ini tidak dapat disembuhkan, pemantauan yang akurat dari kadar glukosa darah bila dikombinasikan dengan terapi insulin secara rutin dapat mengurangi angka kematian. Batasan kadar glukosa yang diijinkan ditunjukkan seperti gambar 2.2. Sayangnya, metode standar untuk pengukuran glukosa darah membutuhkan sampel darah. Selama ini persyaratan bahwa diabetes harus menusuk jari beberapa kali sehari untuk sampel darah menyebabkan pengukuran yang kurang ideal. Selama beberapa dekade terakhir, telah ada berbagai upaya untuk membuat sensor glukosa. Sensor glukosa yang memiliki sensitivitas dan selektivitas baik terus dikembangkan oleh para peneliti (Carlson et al., 1995).

## 2.4 Urea

Urea merupakan senyawa yang larut dalam air, dan molekul netral yang sangat polar, dengan oksigen dan dua atom nitrogen yang berfungsi sebagai ikatan

akseptor hidrogen, dan dua fungsi amino menyediakan total empat ikatan hidrogen. Larutan urea tidak berwarna, tidak berbau, dan tidak asam atau basa.

Pada tahun 1932, Hans Krebs dan Kurt Henseleit menemukan jalur biosintesis urea di hati mamalia *in vitro*, dan jalur ini kemudian disebut sebagai siklus urea (juga dikenal sebagai siklus *ornithine*). Siklus urea diperlukan untuk hidup seperti siklus Krebs (juga dikenal sebagai siklus TCA). Generasi urea menyajikan peran kunci dalam katabolisme protein pada mamalia (Yang and Sands, 2014).

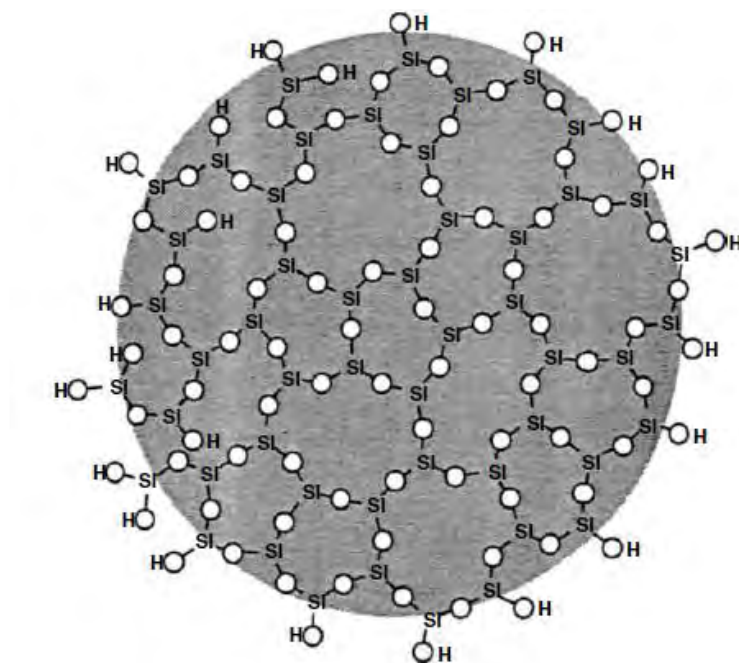
Dokter biasanya menggunakan nitrogen urea darah (BUN) untuk mengukur jumlah nitrogen yang berasal dari urea dalam darah sebagai indeks fungsi ginjal (Traynor dkk, 2006). Peningkatan BUN dikaitkan dengan banyak faktor seperti: (1) penyebab dari prerenal. Manifestasi paling umum adalah hipovolemia. Karena kekurangan pasokan darah ginjal, laju filtrasi glomerulus berkurang, menyebabkan peningkatan BUN. Hal ini dapat terjadi sebagai akibat dari perdarahan masif atau diare. (2) penyebab dari intrarenal, seperti glomerulonefritis, pielonefritis kronis, dan nefritis beracun. Kekurangan fungsi ginjal menyebabkan ekskresi berkurang dan menyebabkan akumulasi urea. (3) penyebab dari postrenal. Penyumbatan saluran kemih dapat menghasilkan tingkat BUN tinggi, seperti hipertrofi prostat, urolitiasis, dan kanker kandung kemih. Perubahan patologis menekan aliran urin uretra dan blok, yang mengganggu jalur utama ekskresi urea.

Urea bertindak sebagai kontributor yang sangat diperlukan dalam diagnosis laboratorium dan memiliki relevansi yang kuat dengan ginjal. Studi terbaru meluncurkan signifikansi klinis urea di bidang lain. Ekskresi fraksional urea di bawah 40% ditemukan menjadi indeks sensitif dan spesifik untuk membedakan sementara dari cedera ginjal akut persisten pada pasien (Dewitte dkk, 2012), sementara studi lain menunjukkan ekskresi fraksional urea kurang dari 35% dapat membedakan cedera ginjal akut. Untuk pasien geriatri, BUN adalah prediktor independen morbiditas untuk mendapatkan infeksi saluran kemih. BUN juga merupakan salah satu faktor yang memprediksi kebutuhan untuk nefrektomi pada pasien dengan trauma ginjal (Shoobridge dkk, 2013).

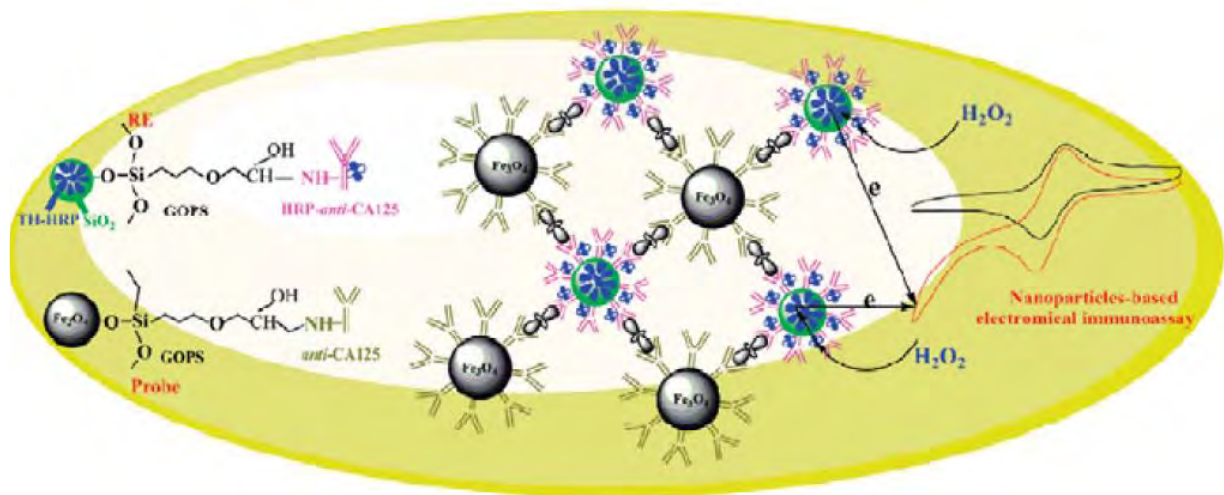


## 2.5 Silika

Silikon dioksida merupakan komponen utama dari kerak bumi. Dikombinasikan dengan oksida magnesium, aluminium, kalsium, dan zat besi, membentuk mineral silikat dalam batuan dan tanah. Selama jutaan tahun silikon dioksida, atau silika, telah dipisahkan dari batuan silikat asli oleh air untuk membentuk kuarsa. Di beberapa tempat disimpan dalam bentuk amorf. Kata silika memiliki konotasi yang sangat luas: mencakup silikon dioksida dalam semua kristal yang, amorf, bentuk larut, atau gabungan kimia di mana atom silikon dikelilingi oleh empat atau enam atom oksigen. Tidak termasuk semua senyawa organosilikon dibuat oleh manusia di mana atom karbon telah dikaitkan langsung dengan atom silikon - sering disebut sebagai "silikon," yang tidak terbentuk di alam. Silika cukup larut dalam air untuk memainkan peran penting dalam banyak bentuk kehidupan. Membentuk kerangka diatom, bentuk paling awal dari kehidupan yang diserap sinar matahari dan mulai melepaskan oksigen ke atmosfer. Banyak tanaman mengandung silika pada batang pada permukaan untuk perlindungan. Tubuh manusia berisi sekitar setengah gram silika, tanpa silika tulang kita yang tidak mungkin terbentuk. Silika telah memainkan peran kunci sejak awal peradaban batu api sebagai alat bantu pembakaran dan senjata serta tanah liat dan pasir untuk tembikar. Kekuatan tinggi dan daya tahan semen Romawi 2000 tahun yang lalu kini dikenal karena penggunaan abu vulkanik khusus yang merupakan bentuk murni dari amorf silika koloid. Saat ini silika digunakan untuk katalis dari kilang minyak kita, untuk cetakan superalloy di mesin jet, untuk kaca modern dan keramik, *microcircuits* elektronik, kristal kuarsa, dan serat optic. Skema representasi dalam dua dimensi hydroxyl koloid partikel silika seperti ditunjukkan pada gambar 2.3 (Bergna and Roberts, 2006).



**Gambar 2.3** Skema representasi dalam dua dimensi hydroxyl koloid partikel silika.

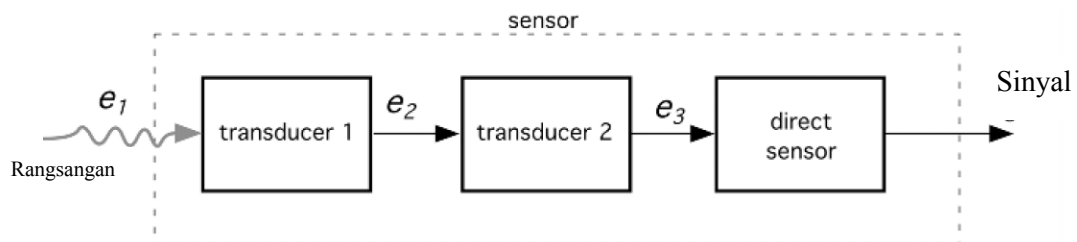


**Gambar 2.4.** *Immunosensing Probe dan Pengukuran dari Nano Partikel-Berbasis Elektrokimia Immunoassay dengan Tipe Sandwich*

Ada banyak aplikasi silika di biosensing dan bioanalitik. Pengembangan diantaranya *bioimaging*, *biolabeling*, biosensor dan immunoassay. Pengembangan biosensor memanfaatkan bioteknologi canggih untuk menciptakan produk untuk deteksi dan kuantifikasi analit dalam pengaturan klinis. Mekanisme aplikasi tersebut seperti pada gambar 2.4. Perangkat tersebut harus menghubungkan sensitivitas tinggi dan selektivitas dengan miniaturisasi, kecepatan tinggi, dan biaya rendah. Struktur nano telah digunakan secara luas sebagai bahan bergerak untuk pembuatan biosensor (Qian and Liu, 2012).

## 2.6 Biosensor

Sebuah sensor kimia didefinisikan sebagai perangkat yang merespon analit tertentu secara selektif melalui reaksi kimia dan dapat digunakan untuk penentuan kualitatif atau kuantitatif. Sensor tersebut berkaitan dengan deteksi dan mengukur zat kimia tertentu atau serangkaian bahan kimia (Banica, 2012).



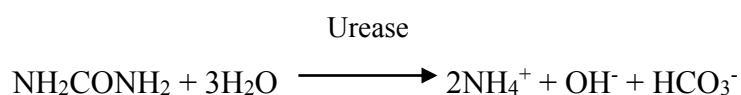
**Gambar 0.5** Alur Kerja Sensor

Tujuan dari sensor adalah untuk mengetahui beberapa jenis input (stimulus) dan mengubahnya menjadi sinyal listrik yang kompatibel dengan sirkuit elektronik. Kita dapat mengatakan bahwa sensor adalah penerjemah dari nilai elektrik menjadi nilai listrik. Ketika kita mengatakan "listrik," berarti sinyal yang dapat disalurkan, diperkuat, dan dimodifikasi oleh perangkat elektronik. Sinyal output sensor mungkin dalam bentuk tegangan atau arus. Ini dijelaskan lebih lanjut ke dalam amplitudo, frekuensi, fase, atau kode digital yang disebut format sinyal output. Alur kerja sensor ditunjukkan seperti pada gambar 2.5. Oleh karena itu, sensor memiliki sifat input (dalam bentuk apapun) dan sifat output berupa listrik (Ripka and Tipek, 2013).

Sebuah biosensor dapat didefinisikan sebagai perangkat yang dilengkapi elemen penginderaan biologis terhubung ke alat pendeteksi biosensor. Pendeteksi pada biosensor yang saat ini banyak dikembangkan yaitu menggunakan metode elektrokimia. Alat pendeteksi yang menggunakan metode elektrokimia terbagi menjadi empat tipe, yaitu:

1. Potensiometri. Ini melibatkan pengukuran potensial sel nol (EMF). EMF tersebut sebanding dengan logaritma dari konsentrasi zat yang ditentukan.
2. Voltametri. Sebuah kenaikan atau penurunan potensi diberikan ke sel sampai oksidasi dan reduksi dari substansi yang akan dianalisis terjadi dan ada kenaikan tajam untuk memberikan arus puncak. Ketinggian puncak arus berbanding lurus dengan konsentrasi bahan elektroaktif. Jika oksidasi yang sesuai maka reduksi potensial diketahui dengan mengamati arus. Teknik ini dikenal sebagai amperometri.
3. Konduktometri. Kebanyakan reaksi melibatkan perubahan dalam komposisi larutan. Ini biasanya akan mengakibatkan perubahan dalam konduktivitas listrik dari larutan, yang dapat diukur secara elektrik.
4. Sensor berbasis FET. Miniaturisasi kadang-kadang dapat dicapai dengan membangun salah satu dari jenis alat pendeteksi elektrokimia berbasis transistor efek medan chip silikon. Metode ini terutama digunakan pada sensor potensiometri, tetapi juga dapat digunakan dengan voltametri atau sensor konduktometri.

Dalam rangka mempersiapkan biosensor yang baik, banyak bahan yang bisa digunakan seperti enzim, nanopartikel, pewarna redoks, polimer konduktif, biomolekul dan cairan ionik. Bahan tersebut digunakan untuk meningkatkan lingkungan mikro yang memberikan orientasi sesuai dan mempercepat transfer elektron pada permukaan elektroda (Raghu et al., 2013). Pada biosensor urea, bahan yang berperan aktif dalam reaksi oksidasi reduksi untuk mendeteksi urea biasanya menggunakan enzim urease (EC. 3.5.1.5). Enzim ini merupakan biokomponen yang menghidrolisis urea menjadi amonium dan ion bikarbonat seperti yang ditunjukkan pada reaksi dibawah ini (Singh et al., 2008):



Aplikasi penggunaan biosensor digunakan dibidang kesehatan, industri dan kontrol lingkungan. Perawatan kesehatan adalah area utama dari aplikasi biosensor dan sensor kimia (*chemisensors*). Pengukuran darah, gas, ion dan metabolit secara teratur diperlukan untuk menunjukkan keadaan metabolik pasien terutama bagi mereka di rumah sakit, dan bahkan dalam perawatan intensif. Sampel urin dan darah yang dibawa ke laboratorium analisis medis untuk analisis klasik, dan butuh waktu selama berjam-jam atau bahkan berhari-hari untuk menunggu hasilnya. Penggunaan sensor dan biosensor memungkinkan diperoleh hasil dalam beberapa menit.

Kontrol Proses Industri. Sensor yang digunakan dalam berbagai aspek proses fermentasi dalam tiga cara yang berbeda yaitu *off-line* di laboratorium, *off-line*, tapi dekat dengan lokasi operasi, dan *on-line* secara *real time*. Saat ini, pemantauan *real time* terbatas pada pengukuran seperti suhu dan pH, ditambah karbon dioksida dan pengukuran oksigen. Namun, biosensor yang memantau berbagai reaktan langsung dan produk yang tersedia, seperti untuk gula, ragi, malt, alcohol dan senyawa fenolik. Pemantauan seperti itu dapat menghasilkan kualitas produk yang ditingkatkan, meningkatkan hasil produk, pemeriksaan variasi dalam kualitas bahan baku, efisiensi energi, meningkatkan otomatisasi pabrik, dan mengurangi ketergantungan pada penilaian manusia. Secara umum, ada berbagai macam aplikasi biosensor dalam industri makanan dan minuman.

Monitoring lingkungan. Ada banyak sekali jenis analit potensial di udara, air, tanah, dan situasi lingkungan lainnya. Pengukuran tersebut dalam air termasuk kebutuhan oksigen biologi (KOD), keasaman, salinitas, nitrat, fosfat, kalsium dan fluoride, sementara pestisida, pupuk dan kedua limbah industri dan domestik memerlukan analisis yang lebih rumit. Selain aplikasi polusi, pertanian, berkebun, ilmu kedokteran hewan dan pertambangan merupakan bidang-bidang di mana sensor diperlukan untuk pemantauan lingkungan (Banica, 2012).

## **2.7 Metode Elektrokimia**

Dalam sistem elektrokimia, mengkaji tentang proses dan faktor-faktor yang mempengaruhi pengangkutan muatan antarmuka antara fase kimia,

misalnya, antara konduktor elektronik (elektroda) dan konduktor ionik (elektrolit). Pada metode ini dipelajari antarmuka elektroda / elektrolit dan peristiwa yang terjadi di sana ketika potensial listrik diberikan dan dilewatkan arus. Bahan elektroda umumnya adalah logam padat (misalnya, Pt, Au), logam cair (Hg, amalgam), karbon (grafit), dan semikonduktor (indium-tin oxide, Si). Elektrolit yang paling sering digunakan adalah larutan yang mengandung spesies ion, seperti,  $H^+$ ,  $Na^+$ ,  $Cl^-$ , baik air atau pelarut non air. Elektrolit umumnya meliputi garam-garam (misalnya, cair NaCl-KCl) dan polimer ionik konduktif (misalnya, Nation, polietilen oksida- $LiClO_4$ ). Elektrolit padat juga ada (misalnya, natrium  $\beta$ -alumina).

Secara umum, perbedaan potensial listrik dapat diukur antara elektroda di sel elektrokimia. Biasanya ini dilakukan dengan voltmeter impedansi tinggi. Sel potensial, diukur dalam volt (V), di mana  $1\text{ V} = 1\text{ joule} / \text{coulomb (J/C)}$ , adalah ukuran dari energi yang tersedia untuk mendorong energi eksternal antara elektroda. Ini adalah perbedaan dalam potensi listrik di antara semua berbagai tahapan dalam sel. Ketajaman transisi menunjukkan bahwa medan listrik yang sangat tinggi ada pada antarmuka, dan memberi efek pada perilaku pembawa muatan (elektron atau ion) di wilayah antarmuka. Selain itu, besarnya beda potensial pada antarmuka mempengaruhi energi relatif dari elektroda sehingga mengendalikan arah dan laju perpindahan muatan. Dengan demikian, pengukuran dan pengendalian potensial sel adalah salah satu aspek yang paling penting dari eksperimental elektrokimia (Bard and Faulkner, 2000).

Pada sel elektrokimia, di mana percobaan voltametri dilakukan, terdiri dari elektroda kerja (*working electrode*), elektroda pembanding (*reference electrode*), dan elektroda bantu (*auxiliary electrode*). Secara umum, elektroda menyediakan antarmuka di mana ion dapat ditransfer. Karena elektroda kerja adalah di mana reaksi atau pengalihan ion terjadi, setiap kali kita merujuk ke elektroda, selalu berarti elektroda kerja (Settle, 1997).

Elektroda pembanding harus reversibel setengah-reaksi sesuai teori Nernstian, konstan dari waktu ke waktu, dan mudah untuk dirawat. Elektroda referensi yang paling umum digunakan untuk larutan berair adalah elektroda kalomel, dengan potensi ditentukan oleh reaksi  $Hg_2Cl_2(s) + 2e^- = 2Hg(l) + 2Cl^-$

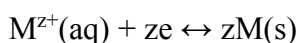


dan perak / perak klorida elektroda (Ag / AgCl), dengan potensi ditentukan oleh reaksi  $\text{AgCl (s)} + \text{e}^- = \text{Ag (s)} + \text{Cl}^-$ . Elektroda ini tersedia secara komersial dalam berbagai ukuran dan bentuk.

Elektroda bantu. Kebanyakan teknik voltametri reaksi analitis pada permukaan elektroda terjadi selama periode waktu yang sangat singkat dan jarang menghasilkan perubahan berarti dalam konsentrasi besar. Dengan demikian, isolasi elektroda counter dari sampel biasanya tidak diperlukan. Paling sering elektroda counter terdiri dari kawat Pt tipis, meskipun Au dan kadang-kadang grafit juga telah digunakan. Elektroda kerja dapat berasal dari berbagai bahan, mulai dari Hg kecil sampai ke Pt berbentuk datar. Bahan elektroda lain yang umum digunakan adalah emas, platinum dan karbon kaca (Settle, 1997).

### 1.1.1 Potensiometri

Prinsip potensiometri yaitu gaya gerak listrik (EMF) yang dihasilkan dalam sel galvanik di mana reaksi kimia spontan berlangsung. Potensiometri menggunakan respon EMF dari sebuah sel galvanostatik yang didasarkan pada pengukuran potensi sel elektrokimia dalam kondisi nol untuk menentukan konsentrasi analit dalam mengukur sampel. Karena potensi elektroda yang dihasilkan pada permukaan elektroda logam,

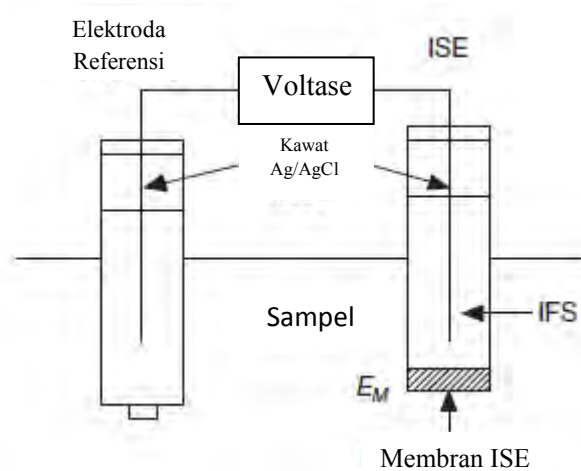


tergantung pada aktivitas ion logam dalam larutan dan muatan ion logam, persamaan Nernst dapat ditulis sebagai,

$$E = E^0 + RT / zF \ln \alpha_I (\text{aq})$$

di mana E adalah potensial elektroda,  $E^0$  konstan, R, T, dan F adalah konstanta gas ( $8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$ ), suhu mutlak (K) dan konstanta Faraday ( $9,648 \times 10^4$  coulomb per mol elektron), z adalah muatan dari analit dan  $\alpha_I (\text{aq})$  aktivitas analit dalam sampel air. Idealnya, potensi membran menunjukkan respon linear dengan perubahan logaritma dari aktivitas sampel. Semua pengukuran potensiometri menggunakan dua elektroda yaitu elektroda kerja (*indikator electrode*) dan elektroda pembanding. Elektroda kerja yang biasanya banyak digunakan adalah elektroda ion selektif (ISE). Skema diagram sel potensiometri ditunjukkan pada gambar 2.6. Selama sekitar 100 tahun, potensiometri dengan elektroda selektif ion

telah menjadi salah satu teknik elektroanalitik yang mendominasi (Bakker et al., 2008).



**Gambar 0.6** Skema diagram sel potensiometri

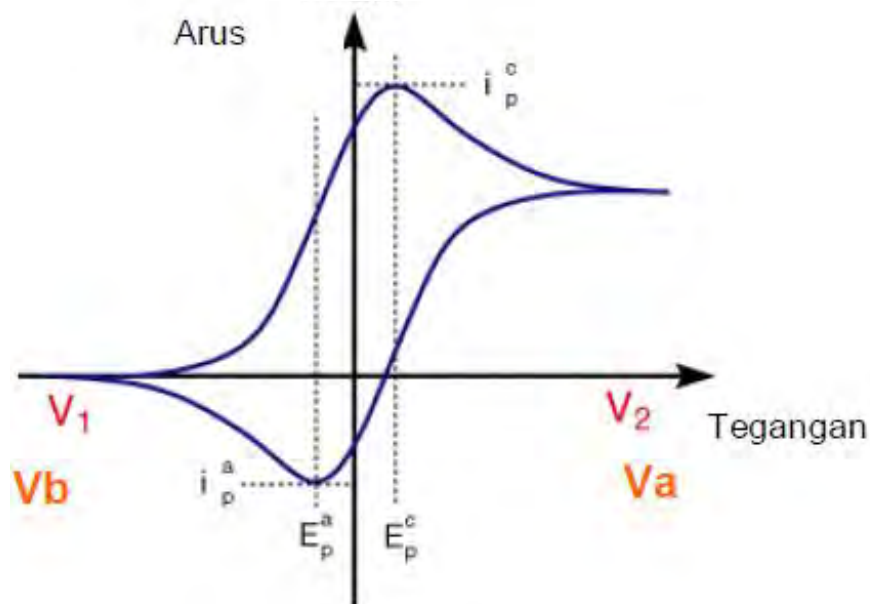
### 1.1.2 Voltammetri

Metode voltammetri atau polarografi atau analisis polarografi merupakan metode elektroanalisis dimana informasi tentang analit diperoleh dari pengukuran arus fungsi potensial. Teknik pengukurannya dilakukan dengan cara mempolarisasikan elektroda kerja. Metode ini termasuk metode aktif karena pengukurannya berdasarkan potensial yang terkontrol. Pengukuran ini dilakukan dengan menerapkan suatu potensial kedalam sel elektrokimia, kemudian respon arus yang dihasilkan dari proses reaksi redoks diukur. Respon arus diukur pada daerah potensial yang telah ditentukan. Kemudian dibuat plot arus fungsi potensial yang disebut voltamogram siklik. Scan tegangan dengan metode voltametri siklik ini tentunya menghasilkan respon arus yang spesifik. Jika respon arus fungsi scan potensial ini digambarkan, maka akan berbentuk kurva voltamogram (Puranto, 2010).

### 1.1.3 Voltammetri Siklis

Voltammetri siklis sangat bermanfaat untuk mendiagnosis mekanisme reaksi dan untuk mempelajari spesies reaktif dalam bilangan oksidasi yang tidak biasa. Dalam voltametri siklik, microelectrode yang digunakan sebagai elektroda kerja. Potensi tersebut meningkat secara linear dan melalui pengukuran arus. Luas elektroda kerja dan tingkat di mana analit dapat berdifusi ke permukaan elektroda

membatasi arus. Sebuah jalan tegangan tunggal dibalik pada beberapa waktu setelah spesies elektroaktif bereaksi dan menyapu sebaliknya mampu mendeteksi produk elektroaktif yang dihasilkan oleh sapuan ke depan disebut voltametri siklik. Sebuah voltamogram siklik dari reversibel reaksi oksidasi-reduksi khas ditunjukkan diagram pada Gambar. 5. Biasanya, perekam XY atau data komputer sistem digunakan untuk melacak tegangan pada sumbu waktu sehingga arus balik muncul di bawah puncak yang diperoleh dalam sapuan ke depan, tetapi dengan polaritas yang berlawanan. Bentuk gelombang pada tingkat pemindaian yang berbeda digunakan untuk tujuan diagnostik. Zat umumnya diperiksa pada konsentrasi sekitar level millimolar, dan potensi elektroda di mana spesies mengalami reduksi dan oksidasi dapat dengan cepat ditentukan. Gambar 2.7 menunjukkan Kurva voltamogram dari elektroda kimia reversibel dimana terdapat puncak arus katoda. dan anoda.



**Gambar 0.7** Kurva voltammogram dari elektroda reversibel, memiliki puncak arus katoda dan puncak arus anoda

Ketinggian puncak saat menyapu tegangan pertama dapat dihitung dari Persamaan Randles-Sevcik:

$$i_p = 2.69 \times 10^5 n^{2/3} A D^{1/2} C v^{1/2}$$

di mana  $n$  adalah jumlah elektron yang ditransfer;  $A$ , daerah elektroda ( $\text{cm}^2$ );  $D$ , koefisien difusi spesies elektroaktif ( $\text{cm}^2/\text{s}$ );  $C$ , konsentrasi spesies elektroaktif ( $\text{mol}/\text{cm}^3$ ); dan  $v$ , tingkat scan potensial ( $\text{V}/\text{s}$ ). Potensi  $E^0$  standar terkait dengan anodik dan katodik puncak potensi,  $E_{pa}$  dan  $E_{pc}$ :

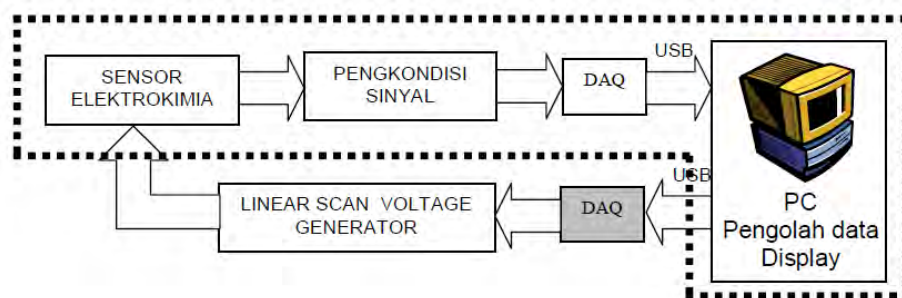
$$E_0 = \frac{1}{2} (E_{pc} + E_{pa})$$

Pemisahan puncak berhubungan dengan jumlah elektron yang terlibat dalam reaksi:

$$E_{pa} - E_{pc} = 0.059 / n$$

Voltametri siklik tidak hanya sebagai teknik analisis kuantitatif. Siklik voltametri dapat digunakan untuk mempelajari degradasi senyawa seperti obat-obatan, insektisida, herbisida, kontaminan pangan atau zat aditif, dan polutan (Robinson et al., 2004).

#### 1.1.4 Potensiostat



**Gambar 0.8** Diagram blok instrumen elektrokimia

Potensiostat adalah instrumen yang berfungsi untuk memberikan sapuan tegangan pada elektroda kerja dan pengukuran besarnya tegangan dan arus yang melewati elektroda kerja. Gambar 2.8 menunjukkan diagram blok instrument elektrokimia. Potensiostat terdiri dari beberapa komponen untuk mengontrol perbedaan tegangan antara elektroda kerja dengan elektroda pembanding. Proses pengontrolan ini dilakukan dengan mengatur arus melalui elektroda pendukung.

Bersamaan dengan itu potensiostat akan mengukur arus yang mengalir melalui elektroda kerja. Variabel yang dikontrol pada sistem pengukuran ini adalah potensial elektroda, sedangkan variable yang diukur adalah arus elektroda. Rangkaian potensiostat ini terdiri tiga bagian yaitu: control amplifier, electrometer dan current-to-voltage converter. Masing-masing bagian menggunakan IC OP97 yang dikonfigurasi negative feedback. *Control amplifier* dan *Electrometer* merupakan rangkaian voltage follower.

1. *Control Amplifier* didalam rangkaian potensiostat ini berfungsi untuk memastikan perbedaan tegangan antara elektroda kerja terhadap elektroda pembanding sesuai dengan nilai scan tegangan yang telah diberikan.
2. *Electrometer* merupakan rangkaian voltage follower yang memiliki impedansi yang sangat tinggi, sehingga potensial elektroda pembanding cukup konstan karena tidak arus yang melewati elektroda pembanding (Puranto, 2010).

***"Halaman ini sengaja dikosongkan"***

## **BAB 3**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, pipet ukur, neraca analitik Ohaus, oven Thermo Scientific, pH meter Oakton, *hot plate*, mikropipet, spatula, labu ukur 25 ml, kaca arloji, botol kaca, *ultrasonic*, seperangkat alat evaporasi, seperangkat alat destilasi, kawat emas (diameter 1mm dan panjang 5 cm), kawat perak (diameter 1 mm dan panjang 5 cm) dan Potensiostat Autolab Metrohm tipe AUT84948 sistem tiga elektroda. Tiga sel elektroda yang digunakan yaitu elektroda emas termodifikasi polipirrol dan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) sebagai elektroda kerja, elektroda perak termodifikasi silika gel dan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) sebagai elektroda kerja, (Ag/AgCl (KCl 3M) sebagai elektroda pembanding, dan kawat platinum sebagai elektroda bantu.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun maja (*Aegle marmelos*) yang tumbuh di wilayah Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), natrium dihidrogen fosfat ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ), dinatrium hidrogen fosfat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ), polipirrol, silika, parafin, aqua DM (Brataco), etanol, *shrinkage*, kertas amplas silikon karbida dengan grade 1200, gas  $\text{N}_2$ , potassium klorida (KCl), asam klorida (HCl), natrium hidroksida (NaOH), glukosa, urea, asam askorbat dan tisu.

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Preparasi Ekstrak Daun Maja (*Aegle marmelos*)**

Daun maja (*Aegle marmelos*) dikeringkan selama 5 x 24 jam pada suhu ruang. Preparasi ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) dilakukan dengan maserasi daun yang telah dikeringkan selama 3 x 24 jam dengan etanol p.a. Setelah itu dilakukan penyaringan untuk mendapatkan filtrat ekstrak kemudian filtrat dievaporasi pada suhu 60°C. Filtrat dan residu dipisahkan, filtrat yang dihasilkan





## **BAB 4**

### **PEMBAHASAN**

Penelitian ini bertujuan untuk membuat membuat elektroda perak termodifikasi silika gel / ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) yang memiliki selektivitas yang lebih baik untuk analisis urea. Metode elektrokimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah voltametri siklis. Penelitian ini dibagi menjadi dua tahap. Tahap pertama adalah modifikasi elektroda perak yaitu dengan pasta yang dibuat dengan pencampuran paraffin, silika gel dan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) dalam presentase berat tertentu. Tahap kedua adalah uji kinerja elektroda terhadap larutan urea. Elektroda diuji secara elektrokimia dengan metode voltametri siklis. Uji ini dilakukan untuk mengetahui kondisi pengukuran optimum dan respon elektroda terhadap larutan analit. Data yang diperoleh meliputi kurva respon arus elektroda terhadap urea.

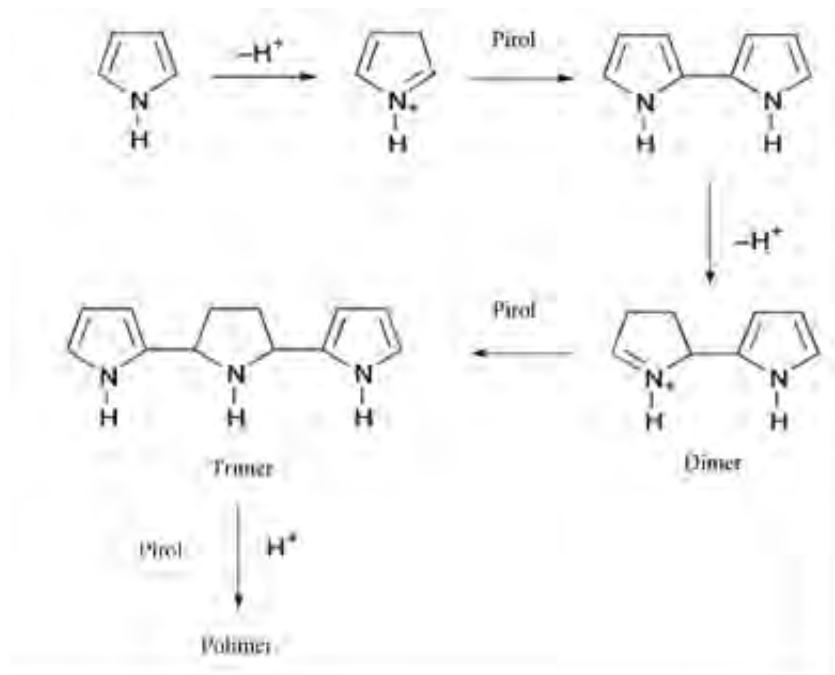
#### **4.1 Polipirol Sebagai Modifikan Elektroda**

Polipirol disiapkan dari senyawa pirol 97% sebanyak 10 ml. Agar diperoleh pirol murni dilakukan destilasi pada titik didih pirol yaitu 130 °C. Setelah didestilasi diperoleh pirol murni sebanyak 7 ml. Proses destilasi pirol merupakan tahapan pemisahan pirol dari senyawa lainnya sehingga diperoleh pirol murni. Sebelum pirol didestilasi warna larutannya coklat dan setelah didestilasi diperoleh warna larutan yang bening. Penyimpanan pirol dalam botol kaca gelap dan dialiri gas N<sub>2</sub> bertujuan agar pirol tidak mudah teroksidasi.

##### **4.1.1 Elektroda Emas Termodifikasi Polipirol**

Banyak metode yang digunakan untuk polimerisasi. Salah satu metode yang digunakan untuk pembentukan polipirol pada permukaan elektroda di penelitian ini menggunakan metode elektropolimerisasi. Elektroda emas termodifikasi polipirol dilakukan dengan metode voltametri siklis pada potensial -0.8 V sampai +1.6 V dengan laju *scan* 100 mV/detik dengan variasi pH 1 sampai 14. Variasi pH dilakukan untuk mengetahui pengaruh konduktivitas polipirol pada

permukaan elektroda. Semakin tinggi nilai konduktivitas maka semakin besar kemampuan polipirol sebagai matriks pendukung untuk transfer elektron mendeteksi glukosa. Nilai konduktivitas diukur dengan teknik *impedance galvanostatic* karena konduktivitas berbanding terbalik dengan nilai *impedance*.



**Gambar 4.1** Mekanisme Elektropolimerisasi Polipirol

Mekanisme reaksi elektropolimerisasi pirol yaitu oksidasi monomer pada permukaan elektroda melalui reaksi kation radikal  $\pi$  yang dapat bereaksi pada reaksi kedua dengan monomer kation radial yang lain, seperti kation radikal oligomer atau monomer netral, untuk membentuk kation radikal dimer yang kehilangan sebuah proton. Pembentukan dimer atau oligomer memiliki potensial oksidasi yang lebih rendah dibandingkan pembentukan monomer. Hal ini dibuktikan dari pembentukan polipirol melibatkan sebuah tahap nukleasi dan pembentukan polimer menyebabkan rantai propagasi dan akhirnya membentuk endapan polimer pada permukaan anoda. Untuk mengontrol reaksi hanya membentuk polimer linear digunakan potensial dan *scan rate* yang konstan yaitu pada potensial -0.8 V sampai +1.6 V dan *scan rate* 100 mV/detik. Selain itu untuk

mengontrol pembentukan polipirol digunakan analisa perubahan sinyal, jika tidak terjadi kenaikan puncak katodik maupun anodik serta dilakukan juga stabilisasi dengan larutan KCl 0,1 M. Jumlah monomer pirol tidak berpengaruh terhadap perubahan potensial karena potensial pembentukan polipirol konstan di 0,8 V.

Elektropolimerisasi pirol pada permukaan elektroda emas pada rentang pH 1 sampai 6 ditunjukkan pada gambar 4.2 dan 4.3. Hasil voltammogram menunjukkan terdapat puncak pada pembentukan polimerisasi pirol yang sapuannya selalu naik. Hal ini menunjukkan adanya proses oksidasi dimana permukaan elektroda emas terpolimerisasi oleh pirol secara bertahap. Hasil perolehan yang lain ditunjukkan pada variasi pH 7, 8 dan 9 seperti pada gambar 4.4. Dimana pada rentang pH ini hasil voltammogram menunjukkan kestabilan sapuan yang puncaknya terus naik. Diperoleh data bahwa pada pH 8 nilai hambatan paling kecil sebesar 400,95  $\Omega$  dibandingkan rentang pH 1 sampai 12. Hal ini menunjukkan bahwa pada pH 8 konduktivitas pirol sebagai polimer konduktif paling baik untuk matriks pendukung transfer elektron seperti yang ditunjukkan pada gambar grafik 4.7. Elektropolimerisasi polipirol pada pH 10 sampai 12 seperti pada gambar 4.5 menunjukkan hasil voltammogram dengan sapuan oksidasi dengan kenaikan yang baik. Diperoleh data pada pH tersebut nilai hambatan cenderung turun artinya konduktivitasnya meningkat seiring dengan berkurangnya derajat keasaman. Kondisi lain dijelaskan pada pH 13 dan 14 seperti pada gambar 4.6, dimana pada pH tersebut pirol tidak terpolimerisasi pada permukaan elektroda karena pada suasana basa reaksi elektropolimerisasi pirol tidak bisa berjalan.

**Tabel 4.27** Hasil Uji t Elektroda pada hari pertama Dibandingkan hari ketiga

*t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances*

|                              | <i>Hari 1</i> | <i>Hari 3</i> |
|------------------------------|---------------|---------------|
| Mean                         | 4,69E-05      | 2,98893E-05   |
| Variance                     | 5,41552E-11   | 7,49189E-10   |
| Observations                 | 10            | 10            |
| Pooled Variance              | 4,01672E-10   |               |
| Hypothesized Mean Difference | 0             |               |
| df                           | 18            |               |
| t Stat                       | 1,897900326   |               |

|                     |             |  |
|---------------------|-------------|--|
| P(T<=t) one-tail    | 0,036932965 |  |
| t Critical one-tail | 1,734063607 |  |
| P(T<=t) two-tail    | 0,07386593  |  |
| t Critical two-tail | 2,10092204  |  |

Pada tabel 4.26 dapat diketahui bahwa hasil uji F waktu penyimpanan elektroda pada hari pertama terhadap waktu penyimpanan hari ketiga, pada puncak arus katodik menunjukkan bahwa  $H_0$  diterima karena nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis artinya waktu penyimpanan hari pertama dan hari ketiga memiliki kepresisian yang tidak berbeda secara signifikan pada tingkat kepercayaan 95 %. Data dengan hasil yang sama ditunjukkan pada tabel 4.28 dimana uji F pada penyimpanan waktu hari ketiga terhadap waktu penyimpanan hari ketujuh,  $H_0$  diterima karena nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis.

**Tabel 4.28** Hasil Uji F Elektroda pada Hari Ketiga Dibandingkan Hari Ketujuh  
*F-Test Two-Sample for Variances*

|                     | <i>Hari 1</i> | <i>Hari 7</i> |
|---------------------|---------------|---------------|
| Mean                | 4,69E-05      | 4,25415E-05   |
| Variance            | 5,41552E-11   | 8,35098E-10   |
| Observations        | 10            | 10            |
| df                  | 9             | 9             |
| F                   | 0,064848901   |               |
| P(F<=f) one-tail    | 0,00018805    |               |
| F Critical one-tail | 0,314574906   |               |

**Tabel 4.29** Hasil Uji t Elektroda pada Hari Ketiga Dibandingkan Hari Ketujuh  
*t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances*

|                              | <i>Hari 3</i> | <i>Hari 7</i> |
|------------------------------|---------------|---------------|
| Mean                         | 4,69E-05      | 4,25415E-05   |
| Variance                     | 5,41552E-11   | 8,35098E-10   |
| Observations                 | 10            | 10            |
| Pooled Variance              | 4,44627E-10   |               |
| Hypothesized Mean Difference | 0             |               |
| df                           | 18            |               |

|                     |             |  |
|---------------------|-------------|--|
| t Stat              | 0,46220026  |  |
| P(T<=t) one-tail    | 0,324737751 |  |
| t Critical one-tail | 1,734063607 |  |
| P(T<=t) two-tail    | 0,649475502 |  |
| t Critical two-tail | 2,10092204  |  |

Berdasarkan tabel 4.27 dan 4.29 hasil uji t waktu penyimpanan elektroda pada hari pertama terhadap waktu penyimpanan hari ketujuh dan hari ketiga terhadap waktu penyimpanan hari ketujuh pada puncak arus katodik menunjukkan bahwa  $H_0$  diterima karena nilai mutlak t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis.

**Tabel 4.30** Hasil Uji F Elektroda pada Hari Pertama Dibandingkan Hari Ketujuh  
*F-Test Two-Sample for Variances*

|                     | <i>Hari 3</i> | <i>Hari 7</i> |
|---------------------|---------------|---------------|
| Mean                | 7,79211E-05   | 6,57123E-05   |
| Variance            | 2,44614E-09   | 1,12761E-09   |
| Observations        | 10            | 10            |
| df                  | 9             | 9             |
| F                   | 2,169307722   |               |
| P(F<=f) one-tail    | 0,132084705   |               |
| F Critical one-tail | 3,178893104   |               |

**Tabel 4.31** Hasil Uji t Elektroda pada Hari Pertama Dibandingkan Hari Ketujuh  
*t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances*

|                              | <i>Variable 1</i> | <i>Variable 2</i> |
|------------------------------|-------------------|-------------------|
| Mean                         | 7,79211E-05       | 6,57123E-05       |
| Variance                     | 2,44614E-09       | 1,12761E-09       |
| Observations                 | 10                | 10                |
| Pooled Variance              | 1,78688E-09       |                   |
| Hypothesized Mean Difference | 0                 |                   |
| df                           | 18                |                   |
| t Stat                       | 0,645816869       |                   |
| P(T<=t) one-tail             | 0,2632731         |                   |
| t Critical one-tail          | 1,734063607       |                   |
| P(T<=t) two-tail             | 0,526546199       |                   |
| t Critical two-tail          | 2,10092204        |                   |

Tabel 4.30 menunjukkan hasil yang baik untuk hasil uji F diketahui bahwa hasil uji F pada hari pertama terhadap waktu penyimpanan hari ketujuh, pada puncak arus katodik menunjukkan bahwa  $H_0$  diterima karena nilai F hitung lebih kecil dibanding dengan nilai F kritis artinya waktu penyimpanan hari pertama dan hari ketiga memiliki kepresisian yang tidak berbeda secara signifikan pada tingkat kepercayaan 95 %.

Berdasarkan tabel 4.31 hasil uji t waktu penyimpanan elektroda pada hari pertama terhadap waktu penyimpanan hari ketujuh pada puncak arus katodik menunjukkan bahwa  $H_0$  diterima karena nilai mutlak t hitung lebih kecil dibanding dengan nilai t kritis.

**Tabel 4.32** Data hasil Uji F dan Uji t Repeatibilitas Elektroda

| Hari ke | Metode Statistika |          |
|---------|-------------------|----------|
|         | Uji F             | Uji T    |
|         | $H_0$             | $H_0$    |
| 1 & 3   | diterima          | diterima |
| 3 & 7   | diterima          | diterima |
| 1 & 7   | diterima          | diterima |

Hasil uji F dan uji t keseluruhan dapat dilihat pada Tabel 4.32 di atas. Uji-  
uji signifikan yang dilakukan ini yakni uji F dan uji t dapat membantu  
interpretasi data percobaan dengan memberikan probabilitas bahwa kesimpulan  
atau data yang diperoleh adalah valid.





## DAFTAR PUSTAKA

- Ahuja, T., Kumar, Singh, Biradar, Rajesh, 2011. Potentiometric urea biosensor based on multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs)/silica composite material 31, 90–94.
- Atul, P.N., Nilesh V, D., Akkatai A, R., Kamlakar S, K., 2012. A Review On Aegle Marmelos: A Potential Medicinal Tree. *International Research Journal of Pharmacy* 3(8), 86–91.
- Bakker, E., Bhakthavatsalam, V., Gemene, K.L., 2008. Beyond potentiometry: Robust electrochemical ion sensor concepts in view of remote chemical sensing. *Talanta, Special Section: Remote Sensing* 75, 629–635.
- Banica, F.-G., 2012. *Chemical Sensors and Biosensors: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons.
- Bard, A.J., Faulkner, L.R., 2000. *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*. Wiley.
- Bergna, H.E., Roberts, W.O., 2006. *Colloidal Silica Fundamentals and Applications*. Taylor dan Francis Group.
- Bregman, J., Janosik, T., 2011. *Modern Heterocyclic Chemistry*. John Wiley & Sons.
- Carlson, R.E., Silverman, S.R., Mejia, Z., 1995. Development of An Implantable Glucose Sensor.
- Chase, M., Scharer, R., MD, 2009. Blood Sugar (Glucose) Testing. In Press.
- Dervisevic, M., Çevik, E., Şenel, M., 2015. Development of glucose biosensor based on reconstitution of glucose oxidase onto polymeric redox mediator coated pencil graphite electrodes. *Enzyme Microb. Technol.* 68, 69–76.
- Irawan, M., 2007. *Glukosa dan Metabolisme Glukosa*. Polton Sports Science and Performance Lab.
- Janarthanan, U.K., Varadharajan, V., Krishnamurthy, V., 2012. Physicochemical Evaluation, Phytochemical Screening and Chromatography Fingerprint Profile Of Aegle Marmelos (L.) Leaf Extracts 1, 813–

- Kato, K., Nishida, M., Ito, K., Tomita, M., 2012. Characterization of silica particles prepared via urease-catalyzed urea hydrolysis and activity of urease in sol–gel silica matrix. *Appl. Surf. Sci., Surface and Interface of Biomaterials - Structure and effect from macro to nano* 262, 69–75.
- Korrapati, M.C., Mehendale, H.M., 2014. Urea, in: Wexler, P. (Ed.), *Encyclopedia of Toxicology (Third Edition)*. Academic Press, Oxford, pp. 885–888.
- Krysteva, M., Mohamed Al Hallak, 2003. Optical Enzyme Sensor for Urea Determination via Immobilized pH Indicator and Urease onto Transparent Membranes 3, 585–592.
- Kurian, J., 1992. *Plants that heals*. Oriental Publishing House 26–27.
- Levi, M.D., Lopez, C., Vieil, E., Vorotyntsev, M.A., 1997. Influence of ionic size on the mechanism of electrochemical doping of polypyrrole films studied by cyclic voltammetry. *Electrochimica Acta, Fundamental aspects of electrochemistry* 42, 757–769.
- Limbut, W., Thavarungkul, P., Kanatharana, P., Asawatreratanakul, P., Limsakul, C., Wongkittisuksa, B., 2004. Comparative study of controlled pore glass, silica gel and Poraver® for the immobilization of urease to determine urea in a flow injection conductimetric biosensor system. *Biosens. Bioelectron.* 19, 813–821.
- Meessen, J.H., 2012. Urea. In Press.
- Murray, R.K., 2003. *Biokimia Harper Edisi 25*. In Press.
- Puranto, P., 2010. Pengembangan Instrumen Pengkarakterisasi Sensor Elektrokimia Menggunakan Metode Voltametri Siklik. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Telaah* 28.
- Qian, J., Liu, S., 2012. *Silica Nanoparticle Preparation, Properties and Uses*. Nova Science Publisher, Inc.
- Rajadurai, M., 2005. Comparative Effect of Aegle marmelos Extract and Alphonosiphon on Serum Lipids, Lipid Peroxide and Cardiac Enzyme Levels in Rats with Isoproterenol induced myocardial infarction. *Sing Med Journal* 46(2), 78–81.

- Reddy, R.C., Srivastava, P.K., Dey, P.M., Kayastha, A.M., 2004. Immobilization of pigeonpea (*Cajanus cajan*) urease on DEAE-cellulose paper strips for urea estimation 39, 323–327.
- Ripka, P., Tipek, A., 2013. Modern Sensors Handbook. John Wiley & Sons.
- Robinson, J.W., Frame, E.M.S., II, G.M.F., 2004. Undergraduate Instrumental Analysis, Sixth Edition. CRC Press.
- Sadki, S., Schottland, P., Brodie, N., Sabouraud, G., 2000. The mechanism of pyrrole electropolymerization. Chem. Soc. Rev 29, 283–293.
- Sekar, D.K., Kumar, G., Karthik, L., Rao, K. B., 2011. A review on pharmacological and phytochemical properties of *Aegle marmelos* (L.) Corr. Serr. (Rutaceae). Asian Journal of Plant Science and Research 1(2), 8–17.
- Settle, F.A., 1997. Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry. Prentice Hall PTR.
- Sharma, P.C., Bhatia, V., Sharma, A., 2007. A Review on Beal Tree. Natural Product Radiance 6(2), 171–178.
- Singh, M., Verma, N., Garg, A.K., Redhu, N., 2008. Urea biosensors. Sens. Actuators B Chem. 134, 345–351.
- Tyler, V., Robbers, J., 1999. Tyler's Herbs of Choice: The Therapeutic Use of Phytomedicinals. Taylor & Francis.
- Uslu, B., Ozkan, S.A., 2007. Solid Electrodes in Electroanalytical Chemistry: Present Applications and Prospects for High Throughput Screening of Drug Compounds 10, 495–513.
- Wang, S.-F., Kumar, S.A., Chang, Y.-T., 2010. Poly(BCB)/Au-nanoparticles hybrid film modified electrode: Preparation, characterization and its application as a non-enzymatic sensor 5832–5838.
- Yadav, S., Verma, A., Sharma, R.K., 2010. A Review On *Aegle Marmelos* (L.) Correa. Herbal Tech Industry 11–13.
- Yang, B., Sands, J.M., 2014. Urea Transporters. Springer Dordrecht Heidelberg, New York.

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Elektroda perak termodifikasi silica gel dan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) memberikan respon terbaik dengan perbandingan komposisi pasta silica gel dan parafin yaitu 3 : 2 dengan berat total 0,05 gram. Sedangkan optimasi ekstrak daun maja pada kondisi optimum komposisi silica gel dan parafin diperoleh 0,03 gram. Pengukuran optimum didapatkan pada kondisi pH 13 dari larutan urea. Elektroda menunjukkan kenaikan sinyal arus seiring kenaikan konsentrasi urea. Sinyal arus katodik elektroda perak termodifikasi silica gel dan ekstrak daun maja pada potensial 0,4 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu  $19,7813 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$  dan  $2,2993 \mu\text{M}$ . Sinyal arus anodik elektroda perak termodifikasi silica gel dan ekstrak daun maja pada potensial 0,625 V memiliki sensitivitas dan limit deteksi yaitu  $38,1774 \mu\text{A}\mu\text{M}^{-1}\text{mm}^{-2}$  dan  $5,1654 \mu\text{M}$ .

#### 5.2 Saran

Tesis awal ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) dapat digunakan untuk mendeteksi glukosa karena pemanfaatannya sebagai obat tradisional untuk diabetes. Namun dalam penelitian ini diperoleh respon sinyal terhadap glukosa tidak seperti yang diharapkan, karena tumpang tindih dengan sinyal dari interferen (asam askorbat dan urea). Saat dilakukan penelitian lebih lanjut dengan kondisi yang telah di jabarkan pada pembahasan, diperoleh hasil ternyata deteksi urea memberikan respon sinyal yang baik tanpa ada gangguan dari asam askorbat dan glukosa. Ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) yang digunakan sebagai bahan aktif utama bertindak sebagai katalis reaksi redoks yang terjadi pada urea. Karena penelitian ini masih terbatas pada menggunakan ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) sebagai biosensor urea, maka diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai senyawa aktif dalam ekstrak daun maja yang dapat mendeteksi urea. Dengan mengetahui senyawa yang berperan dalam reaksi redoks urea tersebut maka akan dapat diketahui mekanisme reaksi yang terjadi pada saat deteksi urea.

***"Halaman ini sengaja dikosongkan"***



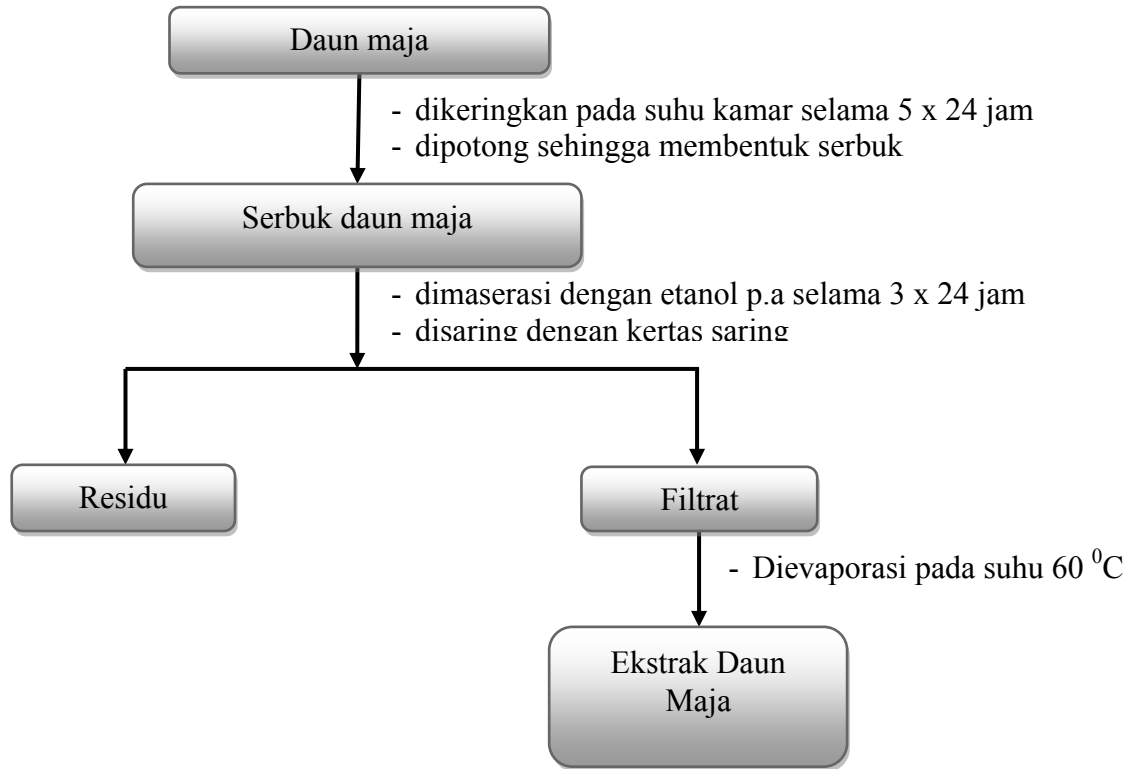
## DAFTAR LAMPIRAN

|   |    |
|---|----|
| LAMPIRAN A Skema Kerja .....  | 85 |
| LAMPIRAN B Pembuatan Larutan Standar .....  | 94 |
| LAMPIRAN C Variasi Komposisi Berat Pasta dan Ekstrak Daun Maja<br>( <i>Aegle marmelos</i> ) ..... | 95 |

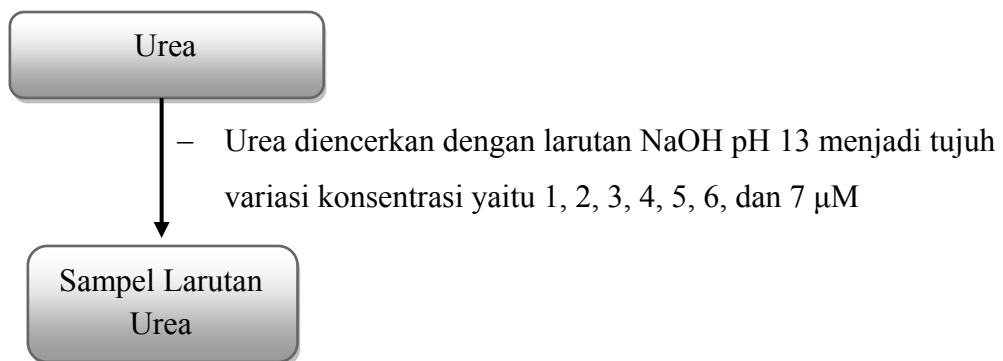
## LAMPIRAN

### A. Skema Kerja

#### 1. Ekstraksi Daun Maja (*Aegle marmelos*)



#### 2. Pembuatan Larutan Urea





## B. Pembuatan Larutan Standar Urea

Urea yang dideteksi merupakan urea dalam bentuk padat. Urea memiliki  $M_r = 60 \text{ gr/mL}$ , dibuat larutan urea  $0,1 \text{ M}$  sebanyak  $100 \text{ mL}$  dengan cara melarutkan  $0,6 \text{ gr}$  urea ke dalam  $100 \text{ ml}$  aquades dengan perhitungan:

$$M = \frac{\text{Gram} \times 1000}{M_r \times V}$$

$$0,1 = \frac{\text{Gram} \times 1000}{60 \times 10}$$

$$\text{Gram} = 0,6$$

Untuk membuat  $25 \text{ mL}$  larutan insulin  $7 \mu\text{M}$ , perhitungannya sebagai berikut :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,1 \times V_1 = 7 \times 10^{-6} \times 25$$

$$V_1 = 1,75 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

$$V_1 = 175 \mu\text{L}$$

Dengan perhitungan yang sama, dibuat larutan insulin berbagai konsentrasi mengikuti tabel berikut:

| Insulin ( $\mu\text{M}$ ) | Volume Insulin yang Dibutuhkan ( $\mu\text{L}$ ) |
|---------------------------|--|
| 0                         | 0  |
| 1                         | 25   |
| 2                         | 50   |
| 3                         | 75   |
| 4                         | 100  |
| 5                         | 125  |
| 6                         | 150  |
| 7                         | 175  |

### C. Variasi Komposisi Berat Pasta dan Ekstrak Daun Maja (*Aegle marmelos*)

Penentuan komposisi pasta dilakukan dengan membandingkan lima variasi presentase berat yang berbeda. Perbandingan silika gel dan parafin dapat dilihat pada tabel berikut.

| Parafin (gr) |       | Silika (gr) |       | Perbandingan Parafin:Silika | Ekstrak Daun Maja ( <i>Aegle marmelos</i> ) (gr) |
|--------------|-------|-------------|-------|-----------------------------|--|
| 20%          | 0,01  | 80%         | 0,04  | 1:4                         | 0,02   |
| 30%          | 0,015 | 70%         | 0,035 | 3:7                         | 0,02   |
| 40%          | 0,02  | 60%         | 0,03  | 2:3                         | 0,02   |
| 50%          | 0,025 | 50%         | 0,025 | 1:1                         | 0,02   |
| 60%          | 0,03  | 40%         | 0,02  | 3:2                         | 0,02   |
| 70%          | 0,035 | 30%         | 0,015 | 7:3                         | 0,02   |
| 80%          | 0,04  | 20%         | 0,01  | 4:1                         | 0,02   |
| 90%          | 0,045 | 10%         | 0,005 | 9:1                         | 0,02   |

Sedangkan untuk komposisi ekstrak daun maja (*Aegle marmelos*) yang digunakan sebagai modifikasi elektroda perak termodifikasi silika dapat dilihat pada tabel berikut.

| Parafin (gr) |      | Silika (gr) |      | Perbandingan<br>Parafin:Silika | Ekstrak Daun Maja<br>( <i>Aegle marmelos</i> )<br>(gr) |       |
|--------------|------|-------------|------|--------------------------------|--|-------|
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 10%  | 0,005 |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 20%  | 0,01  |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 30%  | 0,015 |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 40%  | 0,02  |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 50%  | 0,025 |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 60%  | 0,03  |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 70%  | 0,035 |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 80%  | 0,04  |
| 40%          | 0,02 | 60%         | 0,03 | 2:3                            | 90%  | 0,045 |

## DAFTAR RIWAYAT HIDUP



**YUNITA TRIANA**, lahir pada tanggal 23 Oktober 1988 di Balikpapan, Kalimantan Timur. Merupakan anak ketiga dari pasangan Bapak Hadi Waluyo dan Ibu Sukei.

Penulis memulai pendidikan pada tahun 1996 di SDN 020 Balikpapan dan lulus pada tahun 2000, kemudian pada tahun yang sama melanjutkan Sekolah Lanjutan Tingkat Pertama (SLTP) di SLTP Negeri 5 Balikpapan dan lulus pada tahun 2003.

Lalu pada tahun 2003 melanjutkan jenjang pendidikan ke Sekolah Menengah Umum Negeri 4 Balikpapan dan lulus pada tahun 2006. Di tahun yang sama melanjutkan pendidikan ke Perguruan Tinggi di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Universitas Mulawarman Samarinda, Kalimantan Timur. Pada tahun 2013 penulis melanjutkan jenjang pendidikan magister kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Selama menempuh pendidikan magister, tahun 2014 penulis secara aktif mengikuti Seminar Nasional Kimia Universitas Mulawarman Samarinda dan Seminar Internasional Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember di Bali. Selain itu, penulis telah mengabdikan sebagai staf pengajar di Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Kalimantan (ITK) sejak awal tahun 2015.